

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-224270

(43)Date of publication of application : 22.08.1995

(51)Int.Cl.

C09J171/02

(21)Application number : 06-034222

(71)Applicant : NIKKA SEIKO KK

(22)Date of filing : 08.02.1994

(72)Inventor : IWASAKI TAKASHI  
NAKAMURA HIROSHI  
AIHARA TSUGIKO

## (54) ADHESIVE FOR TEMPORAL FIXATION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an adhesive which ensures temporal fixation of a silicon wafer or the like to things like plates and working tools, enables washing to be performed without the fear of hazards or environmental pollution during working, and can be peeled off safely and readily.

CONSTITUTION: A fatty acid ester of polyglycerine, an adduct of polyglycerine with ethylene oxide and an adduct of polyglycerine with a propylene oxide are used as active ingredients of this adhesive. The adhesive is obtained by using these ingredients either alone or in combination. It has an HLB value of 7 to 13, and is hardly soluble in cold water, while soluble in hot water. Therefore, cold water can be used for washing during working. After working, the adhesive can be removed with hot water, thus enabling a silicon wafer or the like to be peeled off from plates or working tools and cleaned.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

08.02.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2767196

[Date of registration]

10.04.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-224270

(43) 公開日 平成7年(1995)8月22日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

C 0 9 J 171/02

識別記号

J F W

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数4 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-34222

(22) 出願日 平成6年(1994)2月8日

(71) 出願人 394002464

日化精工株式会社

東京都世田谷区三軒茶屋1丁目41番9号

(72) 発明者 岩崎 孝

東京都足立区東伊興1丁目1番3号 メゾ  
ンタナカA-101

(72) 発明者 中村 寛

東京都多摩市諏訪2丁目3番1-109

(72) 発明者 藍原 嗣子

栃木県宇都宮市下平出町1144番地

(74) 代理人 弁理士 井上 清子 (外1名)

(54) 【発明の名称】 仮止め用接着剤

(57) 【要約】

【対象】 シリコンウエーハ等をポリッシング加工等する際に、プレートや治具等に仮止め、固定するために使用する接着剤に関する。

【目的】 シリコンウエーハ等をプレートや治具等に確実に仮止め、固定することができ、また加工処理の洗浄に危険性、公害などが無く、安全かつ容易に剥離、除去できる接着剤を得る。

【構成】 ポリグリセリンの脂肪酸エステル、ポリグリセリンのエチレンオキシドの付加物、ポリグリセリンのプロピレンオキシドの付加物を接着剤の有効成分として用いる。この接着剤は、上記成分を単独で、または組み合わせ得られ、そのHLB値は7~13である。この接着剤は、常温수에難溶で、温水に可溶である。上記加工処理時には常温水を自由に使うことができ、加工処理後温水によって接着剤を溶かし、シリコンウエーハ等をプレートや治具から剥がし、きれいに洗浄できる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 HLB 値 7～13 のポリグリセリンの脂肪酸エステル、ポリグリセリンのエチレンオキサイド付加物又はポリグリセリンのプロピレンオキサイド付加物の 1 種またはこれらの混合物を有効成分とする水に難溶で温水に容易に溶解することを特徴とする仮止め用接着剤。

【請求項 2】 軟化点、熔融粘度又は接着強度の調整剤の 1 種以上をさらに含む請求項 1 記載の仮止め用接着剤。

【請求項 3】 上記軟化点、熔融粘度又は接着強度の調整剤がポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体である請求項 1 または 2 に記載の仮止め用接着剤。

【請求項 4】 上記請求項 1～3 のいずれかに記載の接着剤をその含有量が 1～60 % になるように有機溶媒と混合した仮止め用接着剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、シリコンウエーハなどのウエーハ類およびセラミック、磁性材、ガラス、水晶、コンタクトレンズ等の種々の加工および処理の際に用いる仮止め用接着剤に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 ウエーハ、例えば、シリコン、ガドリニウム、ガリウム、ガーネット、ガリウム砒素、ガリウム燐、サファイヤ、水晶、ガラス、セラミック、磁性材、その他のウエーハのポリッシング加工、コンタクトレンズ等の種々の加工を施す場合、これらを加工工程中プレートや治具等に動かないように仮止め、固定しておく必要があり、加工後にこれをプレート等から剥がすようにしている。従来、こうした薄いものを均一状態に貼付けるために接着剤を使用しているが、このような接着剤には、主にビニル系高分子化合物、石油系樹脂、ロジン等の天然樹脂およびそれらの誘導体、パラフィンワックス等の熱可塑性を有する樹脂が用いられている。

【0003】そして、この接着剤は、上記加工処理後にトリクロルエチレン等のハロゲン系溶媒、アセトンやイソプロピルアルコールその他の可燃性有機溶媒、強酸または強アルカリと過酸化水素の混合液である酸化性洗浄剤等を使用してプレート等から剥がし、洗浄している。

【0004】しかしながら、このような溶媒、洗浄剤には、次の様な欠点がある。ハロゲン系溶媒や、アルコール、アセトン等の親水性以外の有機溶媒では、これによる処理によってワークの表面が疎水性となり、後工程での水洗浄において洗浄効果を上げ難い。有機溶媒を洗浄剤として使用することは、大気汚染や自然環境の破壊等環境衛生上も大きな問題があり、社会問題ともなっている。可燃性溶媒は火災などの災害発生の危険性が大きく、これらの防災対策として防爆設備を設けなければならないなど、設備に費用を必要とする。酸化性洗浄剤

は、洗浄剤としての洗浄ライフが短く、高価である。また、劇物であって、人体に対する毒性と汚染性があり、その取扱い、作業環境の面で種々の問題がある。

【0005】又、上記した仮止め用の熱可塑性樹脂であって、水で洗浄できる化合物として、ポリエチレングリコールの分子量 1,000～20,000 の範囲に入り、常温で固体のものが知られているが、このものは冷水にも溶解してしまうことから、加工処理中に剥がれやズレが発生し易く、また結晶性が大きいことから歪が発生するなど仮止め用接着剤としての機能に欠ける欠点がある。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記に鑑みて、ウエーハ等を加工中は確実に固定することができると共に、加工処理後にハロゲン系その他の有機溶媒や酸化性洗浄剤等の種々難点の多い溶媒を用いることなく、容易かつ安全に除去、洗浄することができる接着剤を提供しようとするものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題解決のため鋭意研究の結果、上記の如く洗浄に有機溶媒や強酸、強アルカリを含む酸化性洗浄剤を使用することなく、常温の水に難溶で、温水によって容易に洗浄可能な温水可溶の接着剤を用いることによって、これらの課題を解決できると共に、更に良好な結果が得られることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0008】こうした接着剤には、ポリグリセリンの脂肪酸エステルがある。このポリグリセリンは、グリセリンが約 2～20 分子程度重合したもので、特に好ましくはテトラグリセリン、ヘキサグリセリン、デカグリセリンがある。また、脂肪酸には炭素数約 16～20 程度の脂肪酸があり、特に好ましくはパルミチン酸、ステアリン酸、アラキジン酸等の飽和脂肪酸を用いることができる。このポリグリセリン脂肪酸エステルは常温で固体状をしている。

【0009】また、こうした接着剤には、ポリグリセリンのエチレンオキシド又はプロピレンオキシドの付加物がある。このポリグリセリンには上記したものと同様のものが使用され、エチレンオキシド又はプロピレンオキシドは約 60～120 モル程度付加され、好ましくは約 80～100 モル程度付加される。この化合物も常温で固体の化合物である。

【0010】上記した化合物は、これを単独で用いることもできるし、2 種以上のものを適宜の割合に組合せて用いることができる。そして、これにより接着剤の軟化点、粘度、接着強度などを、種々の被処理物や処理方法に合せて調節できるようになる。

【0011】上記接着剤は、その HLB (Hydrophilic Lipophile Balance) 値が約 7～13 程度になっている。HLB 値がこれより小さいものでは温水 (約 50℃以上) でも難溶となり、逆にこれより大きいものでは常温

水（約20～30℃）にも溶け易くなるので、加工処理時にワークが剥がれたり、ずれ動いたりする原因となる。

【0012】上記した接着剤には、その軟化点、熔融粘度、接着強度などを更に調整するための調整剤を加えることがある。このような調整剤には、例えばポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体があり、その共重合比は約8：2～4：6程度、特に約7：3～5：5程度のもものが好ましい。この共重合体を使用する場合には、全配合量に対して約50%以内で用いるのが好ましく、配合量が50%以上になると熔融粘度が高くなって、作業性が悪くなることが多く、加工品の精度が得られなくなるおそれが生ずる。また、この調整剤として、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールの分子量約1,500～20,000程度のもの、熱溶解性のポリビニルアルコールなどもあり、主として軟化点、熔融粘度を調整するために使用する。これらの調整剤は、単独で用いたり、複数のものを適宜混合して用いる。

【0013】これらの接着剤は、上記したように単独で、または混合した組成物として用いる他に、これらの濃度が約1～60%程度、好ましくは約15～40%程度になるよう有機溶媒に溶解して用いることもできる。この場合、濃度が上記したものより薄くなると、仮接着に必要な塗膜が得難くなることが多い。上記有機溶媒には、C<sub>1</sub>～C<sub>10</sub> のアルコール類、アセトン、メチル・エチルケトン、メチル・イソブチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル等のエステル類などの脂肪族系のものを単独で、または2種以上を混合して使用することができる。また、場合によってはトルエン、キシレンなどの芳香族系溶媒を単独で、または上記のもの等と組合せて使用することもできる。

【0014】この接着剤は、ウエーハに塗布して該ウエーハをプレートに貼付したり、逆にプレートに塗布してからウエーハを貼付したりして、固定する。こうしてウエーハをプレートに貼付、固定してから、常温下でウエーハにポリッシング加工その他の必要な加工処理を行うが、この加工処理中に熱が発生してもその程度の熱ではウエーハが剥がれることがなく、確実にプレートに固定されている。この加工処理を終えたら、上記プレートに温水をかけたり、プレートごと温水に漬けると、接着剤が溶けてウエーハはプレートから剥がれ、さらに付着している接着剤は温水によって溶解されて除去され、きれいに加工されたウエーハが得られる。

【0015】上記ウエーハ以外のコンタクトレンズ等の各種被加工物も、上記プレートなどの被着体に同様にして貼付して、仮止めすることができる。この際、被加工物の耐熱性の違いによって使用できる温水の温度と温水処理時間が変わってくるので、これに適合するような接着剤を使用するとよい。また、温水により接着剤を溶解して洗浄する場合、超音波処理等を併用することもでき

る。

#### 【0016】

【実施例1】ヘキサグリセリン・トリステアレートによって、HLB値10の接着剤を得た。これは熱溶解型の接着剤であった。この接着剤について下記するように軟化点、引張剪断接着強さ、洗浄時間の特性値について測定した（以下の実施例についても同じ）。

軟化点： JIS-5909（環球法）で用いる具を用いる内径19.8mm、高さ6.4mmの環に、加熱溶解した接着剤を流し込んで常温にて固化させ、その上に直径9.53mm、重さ3.5gの鋼球を載せ、毎分5℃上昇する温風循環恒温槽内で鋼球が25.4mmにたれ下がった時の温度を測定した。

引張剪断接着強さ： ホットプレート上で加温してある巾20mm、長さ50mmのステンレス製の試験片に、溶解した接着剤を巾20mm、長さ10mmに塗布して貼り合わせ、常温で1時間放置冷却後、毎分5mmの速度で引張剪断接着強さを測定した。

洗浄時間： この接着剤を45mm×45mm×厚さ3mmのガラス板に一定厚さに塗布し、常温に戻した後に、60℃の温水中に浸漬して、ガラス板より接着剤が洗浄除去され、残渣が認められなくなる迄の時間を測定した。

この接着剤の軟化点は53℃、引張剪断接着強さは14Kg/cm<sup>2</sup>であった。また洗浄時間は1分であった。

#### 【0017】

【実施例2】ジグリセリンにエチレンオキシド100モルを付加重合し、これによってHLB値11の接着剤を得た。これは熱溶解性の接着剤で、上記軟化点を測定したところ50℃、引張剪断接着強さは12Kg/cm<sup>2</sup>であった。また上記洗浄時間は40秒であった。

#### 【0018】

【実施例3】デカグリセリン・トリステアレート80部と、ジグリセリンにエチレンオキシドを100モル付加重合させた化合物20部を、100～200℃の範囲内で溶解するまで加熱攪拌し、これを室温まで冷却して、HLB値10の接着剤を得た。これは熱溶解型の接着剤で、その軟化点は60℃、引張剪断接着強さは15Kg/cm<sup>2</sup>であり、同じく洗浄時間は50秒であった。

#### 【0019】

【実施例4】デカグリセリン・トリステアレート20部と、ジグリセリンにエチレンオキシドを100モル付加重合させた化合物80部を、100～200℃の範囲内で溶解するまで加熱攪拌し、これを室温まで冷却してHLB値9.5の接着剤を得た。これは、同じく熱溶解型の接着剤で、軟化点は50℃、引張剪断接着強さは12Kg/cm<sup>2</sup>、洗浄時間を測定したところ40秒であった。

#### 【0020】

【実施例5】上記実施例3の組成物90部に、ポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体（共重合比60：40）10部を加え、他は実施例3と同様にして、HLB

10

20

30

40

50

値 9 の接着剤を得た。この接着剤の軟化点は  $60^{\circ}\text{C}$ 、引張剪断接着強さは  $20\text{Kg}/\text{cm}^2$  であり、洗浄時間は 1 分 10 秒であった。

【0021】

【実施例 6】上記実施例 3 の組成物 80 部に、上記実施例 5 のポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体 20 部を加え、他は実施例 3 と同様にして HLB 値 8.5 の接着剤を得た。この接着剤の軟化点は  $65^{\circ}\text{C}$  で、引張剪断接着強さは  $30\text{Kg}/\text{cm}^2$  であり、洗浄時間は 1 分 40 秒であった。

【0022】

【実施例 7】上記実施例 3 の組成物 70 部に、上記実施例 5 のポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体 30 部を加え、他は実施例 3 と同様にして接着剤を得た。この接着剤の HLB 値は 8 であった。この接着剤の軟化点は  $72^{\circ}\text{C}$ 、引張剪断接着強さは  $50\text{Kg}/\text{cm}^2$  であり、洗浄時間は 2 分 15 秒であった。

【0023】

【実施例 8】上記実施例 3 の組成物 60 部に、上記実施例 5 のポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体 40 部を加え、他は実施例 3 と同様にして HLB 値 7.5 の接着剤を得た。この接着剤の軟化点は  $85^{\circ}\text{C}$ 、引張剪断接着強さは  $80\text{Kg}/\text{cm}^2$  であり、洗浄時間は 3 分 20 秒であった。

【0024】

【実施例 9】テトラグリセリン・トリステアレート 70 部と、ジグリセリンにエチレンオキシドを 80 モル付加重合させた化合物 10 部と、ポリビニルピロリドン・酢酸ビニル共重合体（共重合比 50 : 50）20 部を加え、他は実施例 3 と同様にして、HLB 値 9 の接着剤を得た。この接着剤の軟化点は  $55^{\circ}\text{C}$ 、上記引張剪断接着強さは  $26\text{Kg}/\text{cm}^2$ 、洗浄時間は 1 分 20 秒であった。

【0025】

【実施例 10】上記実施例 3 で得た接着剤を、固形分が 25 % となるように、メチルアルコール・トルエン混合溶媒（混合重量比 8 : 2）に溶解して液状の接着剤を得た。

【0026】

【接着剤の性能】上記実施例 1～9 の接着剤は、いずれも常温で良好な接着性を示し、温水によって溶解すれば容易に接着状態を解いた上で、洗浄が可能であり、仮止め用接着剤として良好な結果を示した。なお、上記洗浄時間の測定は、いずれも  $60^{\circ}\text{C}$  の温水を使用して行ったが、 $50^{\circ}\text{C}$  の温水を使用した場合にも、これよりも時間がかかったけれども同様にきれいに洗浄することができた。また、実施例 10 の接着剤は液状をしており、スピンコーター、スプレー等によって塗布することができ、ホットプレートやオープン等による加熱で溶媒成分を揮散させると、均一で、薄い厚さを有する接着剤の塗膜が得られるので、接着精度を上げることができた。また、上記固形分の含有濃度を変えることによって、塗膜厚さを変化させることができた。また、上記実施例 1～9 のものを、実施例 10 に準じて作った液状の接着剤は、いずれも実施例 10 と同様の良好な結果が得られた。

【0027】

【発明の効果】本発明は上記のように洗浄液に有機溶媒や、酸、アルカリおよび酸化性洗浄剤等の薬液を使用しないことから、大気汚染および、その他の環境衛生問題も解消することができ、安心して使用することができる。また洗浄工程において防爆設備の必要がなく、さらに高価な薬液を使用しないで済むことから大巾にコストを短縮することができる。また従来の方法のように溶媒置換の必要がなく純水洗浄が行えることから、工程の短縮により作業効率の改善に加え作業工程における作業環境が改善されることから本発明の有用性は大きい。